

L1 ANSWER 1 OF 3 WPIINDEX COPYRIGHT 2004 THE THOMSON CORP on STN

AN 1999-114779 [10] WPIINDEX

CR 1997-508929 [47]

DNC C1999-033841

TI Preparation of lotion containing tussah fibroin, having high UV absorption efficiency - by dissolving fibroin in copper-ethylene di amine solution etc..

DC D21 E12

PA (FUKU-N) FUKUSHIMA KEN

CYC 1

PI JP 10338615 A 19981222 (199910)* 5 A61K007-00 <--
JP 3364710 B2 20030108 (200306) 5 A61K007-00

ADT JP 10338615 A Div ex JP 1996-91641 19960308, JP 1998-129413 19960308; JP 3364710 B2 Div ex JP 1996-91641 19960308, JP 1998-129413 19960308

FDT JP 3364710 B2 Previous Publ. JP 10338615

PRAI JP 1996-91641 19960308; JP 1998-129413 19960308

IC ICM A61K007-00

ICS C08J003-03; C08J003-075; C08J005-18

ICA A61K007-42

ICI C08L089:00

AB JP 10338615 A UPAB: 20030124

Preparation of a lotion containing tussah fibroin comprises dissolving the fibroin

in the copper/ethylenediamine solution of a blend ratio of copper(II) hydroxide to ethylenediamine of 6.0 : (8.3-8.6), g/100 cc water, addg. a solution of a copper ion dissociating agent to the fibroin solution to dissociate the copper ion and blending the resultant solution of regenerated tussah fibroin to a base lotion. Also claimed is preparation of a lotion containing

tussah fibroin comprising dissolving the fibroin in the copper/ethylenediamine solution of a blend ratio of copper(II) hydroxide to ethylenediamine of 6.0 : (8.3-8.6), g/100cc water, addg. a solution of a copper ion dissociating agent to the fibroin solution to dissociate the copper ion, mixing sodium gold chloride with the solution of the regenerated tussah fibroin and blending the resultant mixture with a base lotion. Also claimed is preparation of a lotion containing tussah fibroin comprising dissolving

the fibroin in the copper/ethylenediamine solution of a blend ratio of copper(II) hydroxide to ethylenediamine of 6.0 : (8.3-8.6), g/100cc water, addg. a solution of a copper ion dissociating agent to the fibroin solution to dissociate the copper ion, forming a water-soluble tussah

fibroin

film from the solution of the regenerated tussah fibroin, dissolving the film

in water and blending the resultant solution with a base lotion. Also claimed

is preparation of a lotion containing tussah fibroin comprising dissolving the

fibroin in the copper/ethylenediamine solution of a blend ratio of copper(II)

hydroxide to ethylenediamine of 6.0 : (8.3-8.6), g/100cc water, addg. a solution of a copper ion dissociating agent to the fibroin solution to dissociate the copper ion, forming a water-soluble tussah fibroin film from the solution of the regenerated tussah fibroin, dissolving the film in water, addg. sodium gold chloride to the resultant solution of tussah

fibroin

and blending the resultant mixture with a base lot ion.

ADVANTAGE - Utilising the fibroin effectively, the methods provide lotions having high UV absorption efficiency. The prods. containing sodium gold chloride have a light violet colour tone. The water-soluble tussah fibroin film permits easy adjustment of the blending ratio and allows 5-year or longer storage.

Dwg.0/0

FS CPI

FA AB; DCN

MC CPI: D08-B; D09-E; E05-L03B

特開平10-338615

(43)公開日 平成10年(1998)12月22日

(51)Int.C1.⁶

A61K 7/00

識別記号

F I

A61K 7/00

K

C08J 3/03
3/075
5/18C08J 5/18
A61K 7/42
C08J 3/03

M

審査請求 有 請求項の数4 書面 (全5頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平10-129413
 (62)分割の表示 特願平8-91641の分割
 (22)出願日 平成8年(1996)3月8日

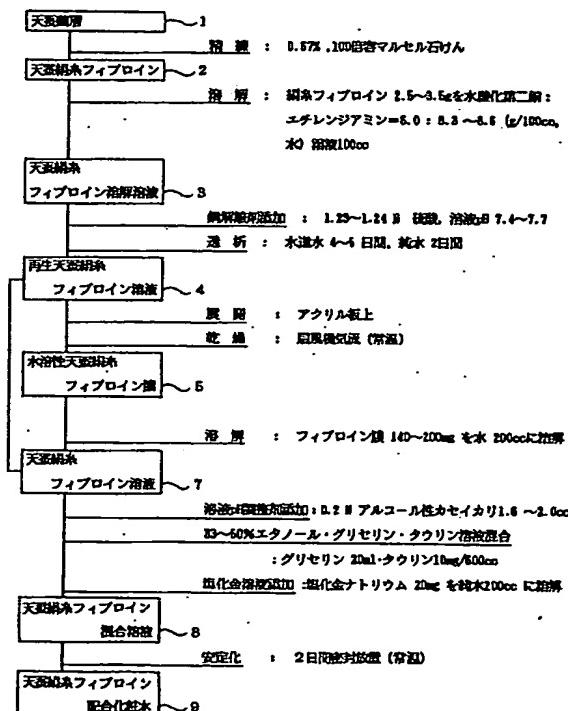
(71)出願人 391041062
 福島県
 福島県福島市杉妻町2番16号
 (72)発明者 瓜田 章二
 福島県伊達郡梁川町字北本町21番地 福島
 県蚕業試験場内

(54)【発明の名称】天蚕綿糸フィブロインを配合した化粧水の製造方法

(57)【要約】

【課題】紫外線吸収効率の優れた天蚕綿糸フィブロインを配合した化粧水を提供するものである。

【解決手段】天蚕綿糸フィブロイン2を、水酸化第二銅:エチレンジアミン=6.0:8.3~8.6(g/100cc,水)の配合比率による銅エチレンジアミン溶液により溶解し、この天蚕綿糸フィブロイン溶解溶液3に銅イオン解離剤溶液を添加して銅イオンを解離させた後、この再生天蚕綿糸フィブロイン溶液4から、水溶性の天蚕綿糸フィブロイン膜5を形成し、この水溶性天蚕綿糸フィブロイン膜5を溶解して、化粧水溶液に混合することを特徴とするものである。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 天蚕絹糸フィブロインを、水酸化第二銅：エチレンジアミン=6.0:8.3~8.6(g/100cc, 水)の配合比率による銅エチレンジアミン溶液により溶解し、この天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液に銅イオン解離剤溶液を添加して銅イオンを解離させ、この再生天蚕絹糸フィブロイン溶液を、化粧水溶液に配合することを特徴とする天蚕絹糸フィブロインを配合した化粧水の製造方法。

【請求項2】 天蚕絹糸フィブロインを、水酸化第二銅：エチレンジアミン=6.0:8.3~8.6(g/100cc, 水)の配合比率による銅エチレンジアミン溶液により溶解し、この天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液に銅イオン解離剤溶液を添加して銅イオンを解離させ、この再生天蚕絹糸フィブロイン溶液に塩化金ナトリウムを混合して、化粧水溶液に配合することを特徴とする天蚕絹糸フィブロインを配合した化粧水の製造方法。

【請求項3】 天蚕絹糸フィブロインを、水酸化第二銅：エチレンジアミン=6.0:8.3~8.6(g/100cc, 水)の配合比率による銅エチレンジアミン溶液により溶解し、この天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液に銅イオン解離剤溶液を添加して銅イオンを解離させた後、この再生天蚕絹糸フィブロイン溶液から、水溶性の天蚕絹糸フィブロイン膜を形成し、この水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜を溶解して、化粧水溶液に配合することを特徴とする天蚕絹糸フィブロインを配合した化粧水の製造方法。

【請求項4】 天蚕絹糸フィブロインを、水酸化第二銅：エチレンジアミン=6.0:8.3~8.6(g/100cc, 水)の配合比率による銅エチレンジアミン溶液により溶解し、この天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液に銅イオン解離剤溶液を添加して銅イオンを解離させた後、この再生天蚕絹糸フィブロイン溶液から、水溶性の天蚕絹糸フィブロイン膜を形成し、次いでこの水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜を溶解して、この天蚕絹糸フィブロイン溶液に塩化金ナトリウムを混合して、化粧水溶液に配合することを特徴とする天蚕絹糸フィブロインを配合した化粧水の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、天蚕絹糸フィブロイン溶液を利用して紫外線吸収率を高めた化粧水を製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 天蚕絹糸フィブロインは、衣料用繊維や雑貨類の素材として利用されているが、化粧水に添加して利用することは行なわれていなかった。

【0003】 天蚕絹糸を衣料用繊維のみならず新素材としての利用および用途の拡大を図るために、天蚕絹糸フィブロインを溶解しその利用性を高めることが必要で

10

20

30

40

50

ある。従来、家蚕絹糸フィブロインは、中性塩の臭化リチウム、塩化カルシウム等を溶剤として溶解することができるが、天蚕絹糸フィブロインはこれらの溶剤にはほとんど溶解しないため、繊維としてそのまま利用することしかできなかった。また従来は家蚕絹糸フィブロインを化粧料に用いることが行なわれていたが、これは短波長領域での紫外線吸収率が低い問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、従来方法では溶解が難しかった天蚕絹糸フィブロインを溶解し、この溶解液を化粧水溶液に添加して短波長領域で紫外線吸収率が優れた化粧水の製造方法を提供するものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明の請求項1記載の天蚕絹糸フィブロインを配合した化粧水の製造方法は、天蚕絹糸フィブロインを、水酸化第二銅：エチレンジアミン=6.0:8.3~8.6(g/100cc, 水)の配合比率による銅エチレンジアミン溶液により溶解し、この天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液に銅イオン解離剤溶液を添加して銅イオンを解離させ、この再生天蚕絹糸フィブロイン溶液を、化粧水溶液に配合することを特徴とするものである。

【0006】 また請求項2記載の化粧水の製造方法は、上記再生天蚕絹糸フィブロイン溶液に塩化金ナトリウムを混合して、化粧水溶液に配合することを特徴とするものである。また請求項3記載の化粧水の製造方法は、上記再生天蚕絹糸フィブロイン溶液から水溶性の天蚕絹糸フィブロイン膜を形成し、この水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜を溶解して、化粧水溶液に配合することを特徴とするものである。更に請求項4記載の化粧水の製造方法は、前記水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜を溶解して、この天蚕絹糸フィブロイン溶液に塩化金ナトリウムを混合して、化粧水溶液に配合することを特徴とするものである。

【0007】

【発明の実施の形態】 以下本発明の実施の形態を説明する。天蚕の繭層及び天蚕を繭糸する際に副産物として産出する緒糸やビスを精練して得られた天蚕絹糸フィブロインを利用する。先ずこの天蚕絹糸フィブロインを溶解する。この溶剤として、タンパク質と結合してキレート化合物を作り可溶化する銅エチレンジアミン溶液を使用する。

【0008】 銅エチレンジアミン溶液は、水酸化第二銅とエチレンジアミンより調合するが天蚕絹糸フィブロインを溶解する溶液調合比率は、水酸化第二銅：エチレンジアミン=6.0:8.3~8.6(g/100cc, 水)の範囲が好適である。この調合比率の銅エチレンジアミン溶液は、従来の家蚕絹糸フィブロインを溶解するのに使用されていた溶液調合比率のものに比べて2.5~3.5倍量も溶解することができる。

【0009】このように天蚕絹糸フィブロインに銅エチレンジアミン溶液を添加して溶解して得られた天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液には、溶液に含まれる銅イオンが溶解しているのでこれを取り除く必要がある。この銅イオンを除去する方法としては、銅イオン解離剤を添加してから透析して取り除く。絹糸フィブロインと銅イオンとの結合は強く解離しにくいので、絹糸フィブロインをゲル化することなく、銅イオンを解離する必要がある。この銅イオン解離剤溶液としては1.23～1.24規定の硫酸、クエン酸、酒石酸及び酢酸のいずれかを用いると効果的である。

【0010】このようにして銅イオンを解離した天蚕絹糸フィブロイン溶液を水道水で4～5日間、純水で2日間流水透析すると、銅イオンが除去された再生天蚕絹糸フィブロイン溶液が得られる。この後、再生天蚕絹糸フィブロイン溶液を板上等に展開してから乾燥して水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜を得る。

【0011】次に、天蚕絹糸フィブロインを含む溶液を得るために、水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜140～200mgを200ccの水に溶解し、濾紙で濾過して130～190mgの天蚕絹糸フィブロイン溶液を得る。

【0012】この溶液に、pH調整剤として0.2規定のアルコール性カセイカリ溶液1.6～2.0ccを加え、さらに33～50%エタノール600ccにグリセリン20～30ccとタウリン10mgを加えた化粧水溶液に、塩化金ナトリウム20mgを水200ccに溶解した溶液を混合して、天蚕絹糸フィブロイン混合溶液を得る。この混合溶液を常温の20～25℃で2日間密封保存すると、淡紫色の天蚕絹糸フィブロイン配合の化粧水の調合が完了する。

【0013】なお上記説明では、再生天蚕絹糸フィブロイン溶液を板上等に展開した後、乾燥して水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜を一旦製造してから、これを水に溶解して天蚕絹糸フィブロインを含む溶液を製造する方法について示したが、製膜工程を省略して再生天蚕絹糸フィブロイン溶液を直接利用することもできる。

【0014】

天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水溶液の特性

pH	6.9～7.4
電導度 ($\mu s/cm$)	26～30
フィブロイン含量 (mg/1,000cc)	(140～200) × 0.958 *
色調	淡紫色
香り	わずかなアルコール臭
紫外線吸収率	短波長で家蚕より優れる

* 濾過後のフィブロインの收率

【0019】また天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水の短波長領域での紫外線吸収率を測定し、更に塩化金ナトリ

【実施例】以下実施例について、図面を参照して説明する。図1において、天蚕の繭層1を、0.67%マルセル石ケン100倍溶液により98℃、40分二回繰り返し処理し、良く水洗して精練天蚕絹糸フィブロイン2を得る。この精練天蚕絹糸フィブロイン2.5～3.5gを水酸化第二銅：エチレンジアミン=6.0:8.3～8.6(g/100cc, 水)溶液100ccに、常温の20～25℃で5分溶解して天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液3を作成する。

【0015】次に天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液3に銅イオン解離剤として1.23～1.24規定の硫酸を約100cc加えて、溶解溶液のpHを7.4～7.7に調整する。その他の銅イオン解離剤のクエン酸、酒石酸及び酢酸を用いる場合も同様である。この調整溶液をセルロースチューブに充填し、約10℃の水道水で4～5日間、純水で2日間流水透析すると、再生天蚕絹糸フィブロイン溶液4が得られる。再生天蚕絹糸フィブロイン溶液4をアクリル板上に展開し、常温の20～25℃で、扇風機の気流により2日間乾燥して水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜5を形成する。

【0016】次にこの水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜5の140～200mgを200ccの水に溶解し、濾紙で濾過して天蚕絹糸フィブロイン溶液7を得る。この溶液にpH調整剤として0.2規定のアルコール性カセイカリ溶液1.6～2.0ccを加え、さらに33～50%エタノール600ccにグリセリン20ccとタウリン10mgを加えた溶液に、塩化金ナトリウム20mgを水200ccに溶解した溶液を混合して、天蚕絹糸フィブロイン混合溶液8を得る。この混合溶液8を常温で2日間密封して放置し、安定化させて天蚕絹糸フィブロイン配合の化粧水9を製造する。

【0017】このようにして得られた天蚕絹糸フィブロイン配合の化粧水溶液の特性を調べた結果を表1に示す。

【0018】

【表1】

ウムを添加したものについても測定し、その結果を図2に示した。なお比較のために家蚕絹糸フィブロイン配合の化粧水について紫外線吸収率を測定し、その結果を図2に示した。

【0020】図2の結果から、天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水は、家蚕絹糸フィブロイン配合のものと比べて短波長の紫外線吸収率が高く、また塩化金ナトリウムの添加により溶液の色調が淡紫色となり、しかも紫外線吸収率がさらに高くなるので、人の健康維持管理に役立てることができる。

【0021】このように天蚕絹糸フィブロインを添加した化粧水は、水溶液で紫外線吸収率が高く、また塩化金ナトリウムの添加により溶液の紫外線吸収率をさらに高めた天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水を得ることができる。

【0022】

【発明の効果】以上説明したように本発明の天蚕絹糸フィブロインを配合した化粧水の製造方法によれば、従来溶解が十分にできなかった天蚕絹糸フィブロインを原料として利用し、これから製造された化粧水は、水溶液で紫外線吸収率が高く、また塩化金ナトリウムの添加したものは溶液の色調が淡紫色となり、しかも紫外線吸収率がさらに高くなるので、人の健康維持管理に役立てるこ

とができる。また中間物質として形成された水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜は、5年以上の長期間の保存が可能である。またこの水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜は、水に溶解させることにより再度フィブロイン溶液にすることができるので配合比率の調整が容易である。

【図面の簡単な説明】

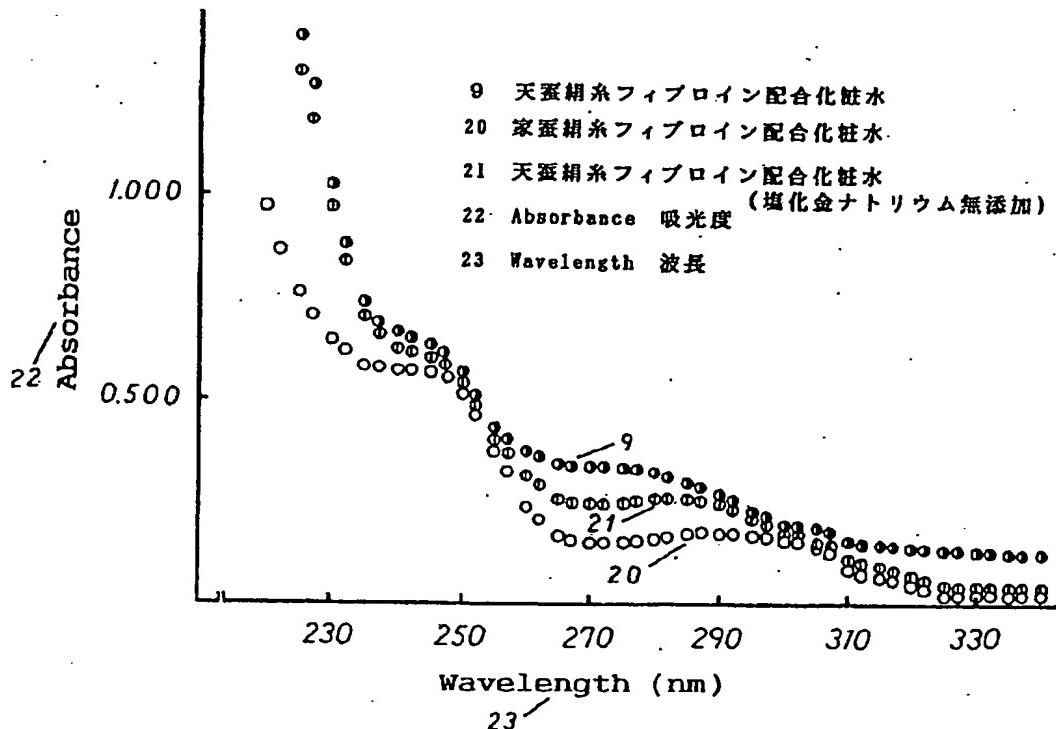
【図1】天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水の製造工程図

【図2】天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水の紫外線吸収スペクトル

10 【符号の説明】

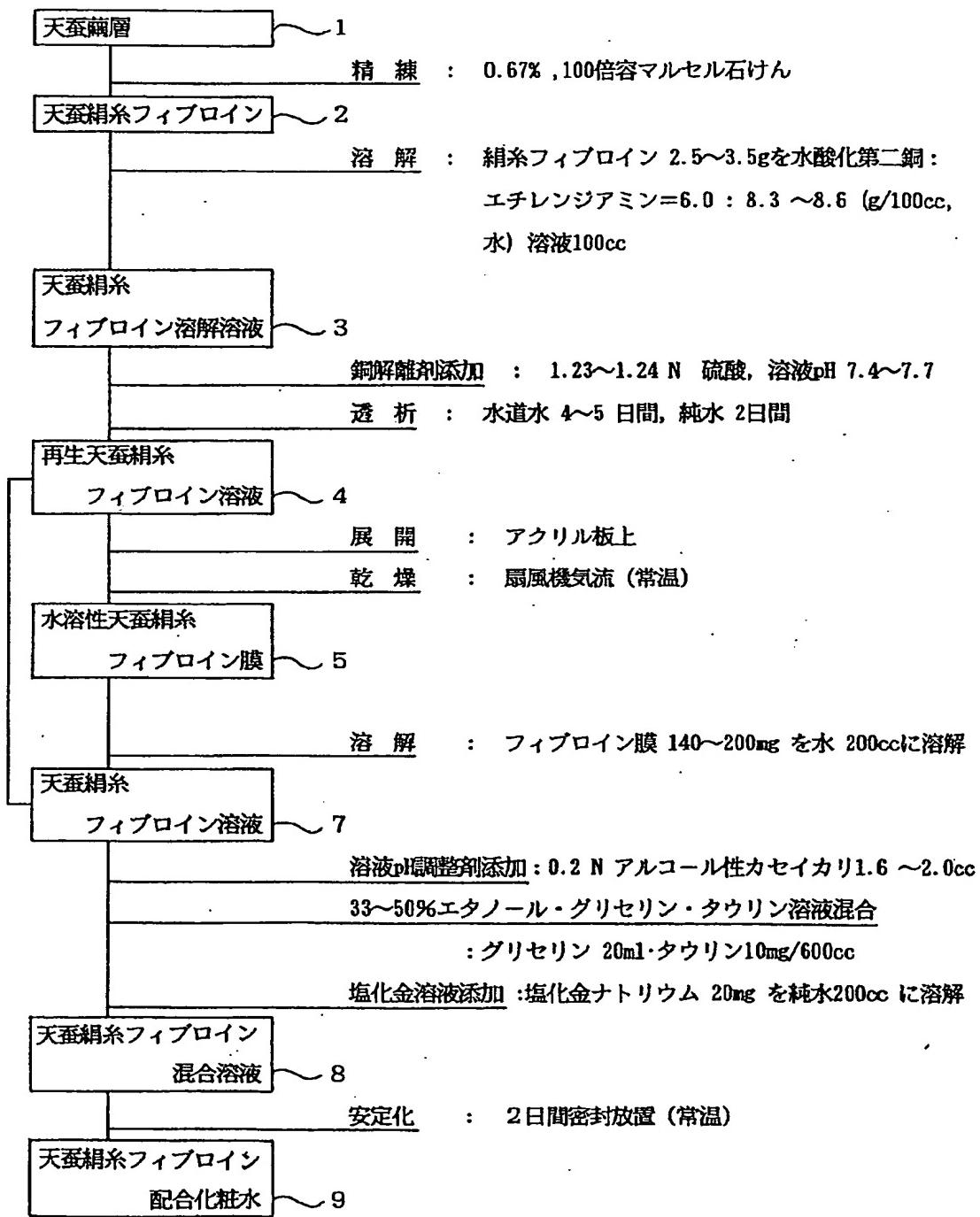
- 1 天蚕繭層
- 2 天蚕絹糸フィブロイン
- 3 天蚕絹糸フィブロイン溶解溶液
- 4 再生天蚕絹糸フィブロイン溶液
- 5 水溶性天蚕絹糸フィブロイン膜
- 7 天蚕絹糸フィブロイン溶液
- 8 天蚕絹糸フィブロイン混合溶液
- 9 天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水
- 20 家蚕絹糸フィブロイン配合化粧水
- 21 天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水（塩化金ナトリウム無添加）
- 22 Absorbance 吸光度
- 23 Wavelength 波長

【図2】



天蚕絹糸フィブロイン配合化粧水溶液の紫外線吸収スペクトル

【図 1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

F I

// A 6 1 K 7/42
C 0 8 L 89:00